

S-2490



1714
PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the application of:

Takao UEHARA, et al.

Serial No.: 09/925,451

Group: 1714

Filed: August 10, 2001

Examiner:

For: ADDITIVES FOR PAINTS AND INKS

Date: October 22, 2001

The Hon. Commissioner of
Patents and Trademarks
Washington, D.C. 20231

RECEIVED

OCT 25 2001

TC 1700

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 USC §119

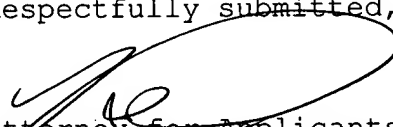
Sir:

Applicants are enclosing herewith the following
certified priority document for use in claiming priority of the
same under 35 U.S.C. §119:

Japanese Application No. 2000-255720, filed August 25,
2000.

Applicants hereby claim priority of the above.

Respectfully submitted,


Attorney for Applicants
Robert L. Haines
Reg. No. 35,533

SHERMAN & SHALLOWAY
P.O. BOX 788
Alexandria, Virginia 22313
(703) 549-2282



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

#2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 8月25日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-255720

RECEIVED

OCT 25 2001

出 願 人

Applicant(s):

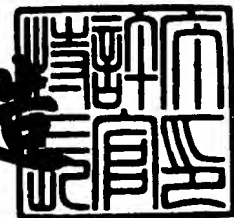
楠本化成株式会社

TC 1700

2001年 8月31日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3078905

【書類名】 特許願
【整理番号】 200008060
【提出日】 平成12年 8月25日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C07F
C08K

【発明者】
【住所又は居所】 神奈川県川崎市多摩区西生田4-16-25
【氏名】 上原 孝夫

【発明者】
【住所又は居所】 埼玉県越谷市東柳田町5-7 エクセルドミール中川
A-102
【氏名】 山崎 純

【発明者】
【住所又は居所】 埼玉県草加市中根町189-4 AIカーサ203号
【氏名】 大平 清雅

【発明者】
【住所又は居所】 埼玉県草加市金明町445-7
【氏名】 川人 滋寛

【特許出願人】
【識別番号】 000225854
【氏名又は名称】 楠本化成株式会社

【代理人】
【識別番号】 100060782
【弁理士】
【氏名又は名称】 小田島 平吉

【選任した代理人】
【識別番号】 100063141
【弁理士】

特2000-255720

【氏名又は名称】 深浦 秀夫

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 019666

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 クリアー塗料用消泡剤及び平滑剤

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 イソシアネート基を有する反応性モノマー又はイソシアネート基から誘導された基を有する反応性モノマー 2～50 重量%と、それらと反応可能な他のモノマー又はポリマー 98～50 重量%とを共重合して得られるものであることを特徴とする塗料用又はインキ用の消泡剤或いは平滑剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、透明性を重視するクリアー塗料の耐温水試験後の乾燥塗膜が白く濁る現象（以下において耐水白化と表記する場合もある）の原因となることがほとんどなく、且つ、消泡性や平滑性を与える、塗料用又はインキ用の消泡剤或いは平滑剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

一般に塗料には、塗装時に巻き込んだ泡を消すための消泡剤や、塗装時の被塗物への濡れ性を向上させたり、平滑に塗装するための平滑剤（レベリング剤）が配合される。しかし、これらの消泡剤や平滑剤（以下において表面調整剤と総称する場合もある）を塗料に配合すると表面調整剤は、硬化したクリアー塗膜中で粒子として存在する。酸性雨対策として最近登場した、メラミン樹脂を硬化剤に使用しない新硬化型の焼き付け塗料の一部には、この表面調整剤の粒子が原因で、塗装膜を温水中に浸漬した後の乾燥塗膜が白化する現象が見られる。一例としては、グリシジル基含有アクリル樹脂／酸無水物硬化型のクリアー塗料が挙げられる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

一般に塗料を塗装するときには、塗装時に巻き込んだ泡が消えずに塗膜外観が低下したり、泡が原因で生じたピンホールなどにより被塗物の保護性能が十分に

得られないという現象を防止するために、消泡剤が配合される。また、塗装時に生じる塗りむらを防止したり、被塗物に異物が付着している場合に生じる塗装膜のはじきを防いだり、更に塗装面が平滑に美しく仕上がるように、平滑剤が配合される。

【0004】

しかし、最近多く使用されるようになってきた、自動車の酸性雨対策として登場してきたメラミン樹脂を硬化剤として使用しない新硬化型塗料に、従来の表面調整剤を配合すると、以下の現象が生じることがある。

【0005】

新硬化型塗料の硬化した塗膜の中で、配合した表面調整剤が微粒子として存在するために、表面調整剤の粒子と塗装膜の界面に水が侵入すると、表面調整剤の粒子中に気泡が生じ、塗膜が白く濁ったように見える現象が現れる。その結果、仕上がった塗装膜の外観を損ねることがあった。また、クリアー性を損なわないように配合量を制限すると、表面調整剤自身の性能が十分に発揮できないことも多い。

【0006】

従って、本発明の目的は、透明性を重視するクリアー塗料に配合しても耐水白化による濁りを生じない、表面調整剤を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、様々な検討を重ねた結果、従来の塗料用の表面調整剤に用いられていた反応性モノマーと、イソシアネート基を有する反応性モノマー又はイソシアネート基から誘導された基を有する反応性モノマーとを反応させることにより得られる共重合体が、本来の表面調整剤の効果を損なうことなく、クリアー塗料に配合した場合に耐水白化の現象をほとんど生じないことを発見した。

【0008】

斯くして、本発明によれば、イソシアネート基を有する反応性モノマー又はイソシアネート基から誘導された基を有する反応性モノマー2～50重量%と、それらと反応可能な他のモノマー又はポリマー98～50重量%とを共重合して得

られるものであることを特徴とする塗料用又はインキ用の消泡剤或いは平滑剤が提供される。

【0009】

本発明の共重合体において、イソシアネート基を有する反応性モノマー又はイソシアネート基から誘導された基を有する反応性モノマーの割合が2重量%より少ないと、クリアー塗料に配合したときの耐水白化の現象を防止する効果が、十分に得られない。また、50重量%より多くなると、表面調整剤としての効果が十分に発揮できなかつたり、塗膜物性に悪影響を及ぼす。

【0010】

イソシアネート基を有する反応性モノマーとしては、例えば、メタクリル酸2-イソシアナトエチル、アクリル酸2-イソシアナトエチル、3-イソプロペニル- α , α -ジメチルベンジル イソシアネートなどが挙げられる。

【0011】

イソシアネート基から誘導された基を有する反応性モノマーとしては、例えば、メタクリル酸2-(O-[1'-メチルプロピリデンアミノ]カルボキシアミノ)エチルやアクリル酸2-(O-[1'-メチルプロピリデンアミノ]カルボキシアミノ)エチルなどが挙げられる。

【0012】

イソシアネート基を有する反応性モノマー又はイソシアネート基から誘導された基を有する反応性モノマーと反応可能な他のモノマー又はポリマーとしては、例えば、アクリル酸エチルエステル、アクリル酸ブチルエステル、アクリル酸2-エチルヘキシルエステル、アクリル酸ラウリルエステル、等のようなアクリル酸アルキルエステル類；メタクリル酸エチルエステル、メタクリル酸ブチルエステル、メタクリル酸2-エチルヘキシルエステル、メタクリル酸ラウリルエステル、メタクリル酸ヘキサデシルエステル、メタクリル酸オクタデシルエステル、等のようなメタクリル酸アルキルエステル類；エチルビニルエーテル、プロピルビニルエーテル、ブチルビニルエーテル、2-エチルヘキシルビニルエーテル、ラウリルビニルエーテル、オクタデシルビニルエーテル、等のようなアルキルビニルエーテル類；メタクリロイルオキシ基を有する反応性シリコーン（チッソ株

式会社から市販されているサイラプレーン FM-0711 や東亜合成株式会社から市販されている AK-5、AK-30 など) や反応性アクリルポリマー (三菱化学株式会社から市販されているダイマックスシリーズや東亜合成株式会社から市販されている A-シリーズなど) などのような所謂マクロモノマー、ブタジエンポリマーなどのような反応基を有するポリマー、などが挙げられる。しかし、表面調整剤の原料として用いられるものは、これらの他にも多種に渡っており、イソシアネート基を有する反応性モノマー又はイソシアネート基から誘導された基を有する反応性モノマーと共重合可能なものである限り、全てのものが利用できる。

【0013】

上記反応性モノマーからの共重合体の合成は、過酸化物やアゾ系の化合物を用いるラジカル重合法、酸触媒を用いるカチオン重合法、アルカリ金属系の触媒を用いるアニオン重合法などに従って行なうことができる。本発明は、共重合体の用途開発に関する発明であるから、合成方法によって何ら制限されるものではない。

【0014】

本発明が適する塗料は、仕上りの透明性を重視するクリアー型塗料であり、耐水白化性が問題となる、自動車用のクリアトップコート塗料や、プレコートメタル (PCM) 塗料などに対して有効に使用することができる。

【0015】

本発明による塗料用表面調整剤を塗料に添加する時期は、塗料を製造する過程でも良いし、また塗料を製造した後でも良い。

【0016】

本発明の塗料用表面調整剤の添加量は、適用される塗料の性質、塗料の使用条件、塗料の塗装条件などのような様々な因子に依存するために、制限的なものではないが、塗料組成物の重量に基づいて、固形分換算で 0.001% から 5.0% の範囲、好ましくは 0.01% から 2.0% の範囲で用いられるのが一般的である。更に、耐水白化の現象を生じにくいので、通常の塗料用表面調整剤より多く配合することも可能である。

【0017】

【発明の効果】

本発明の塗料用或いはインキ用の表面調整剤は、重合組成物中にイソシアネート基或いはイソシアネート基からの誘導体を持つことを特徴とし、硬化塗膜中に表面調整剤の粒子が存在しても、塗膜が白く濁る現象を防止する。

【0018】

【実施例】

次に実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明する。以下における「部」及び「%」は、それぞれ、「重量部」及び「重量%」を示す。

消泡剤の製造実施例1

攪拌装置、還流冷却管、滴下ロート、温度計及び窒素ガス吹き込み口を備えた1000mlの反応容器に、キシレン100部を仕込み、窒素ガスを導入しながら100℃に昇温した後、下に示す滴下溶液(a-1)を滴下ロートにより、90分間で等速滴下した。

滴下溶液(a-1)

メタクリル酸オクタデシルエステル	285部
メタクリル酸2-イソシアナトエチル	15部
キシレン	100部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	5部

滴下溶液(a-1)の滴下終了1時間後、t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト1.5部を加え、さらに100℃の温度を維持しつつ3時間反応させた。反応終了後、キシレンで固形分を30%に調整し、消泡剤[DG-1]を得た。合成した重合体の重量平均分子量は、17000であった。

消泡剤の製造実施例2

消泡剤の製造実施例1の滴下溶液(a-1)に代えて下記の滴下溶液(a-2)を用いた以外は、消泡剤の製造実施例1と同様の方法で製造した。

滴下溶液(a-2)

メタクリル酸ヘキサデシルエステル	190部
ラウリルビニルエーテル	80部

メタクリル酸 2- (O- [1'-メチルプロピリデン	
アミノ] カルボキシアミノ) エチル	30 部
キシレン	100 部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	6 部

反応終了後、キシレンで固形分を 30% に調整し、消泡剤 [DG-2] を得た。
合成した重合体の重量平均分子量は、25000 であった。

消泡剤の製造実施例 3

消泡剤の製造実施例 1 の滴下溶液 (a-1) に代えて下記の滴下溶液 (a-3) を用いた以外は、消泡剤の製造実施例 1 と同様の方法で製造した。

滴下溶液 (a-3)

メタクリル酸ラウリルエステル	155 部
メタクリル酸 2- (O- [1'-メチルプロピリデン	
アミノ] カルボキシアミノ) エチル	145 部
キシレン	100 部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	15 部

反応終了後、キシレンで固形分を 30% に調整し、消泡剤 [DG-3] を得た。
合成した重合体の重量平均分子量は、23000 であった。

平滑剤の製造実施例 1

攪拌装置、還流冷却管、滴下ロート、温度計及び窒素ガス吹き込み口を備えた 1000 ml の反応容器に、トルエン 150 部を仕込み、窒素ガスを導入しながら 110℃ に昇温し、トルエンを還流させた後、下に示す滴下溶液 (b-1) を滴下ロートにより 2 時間で等速滴下した。

滴下溶液 (b-1)

アクリル酸 2-エチルヘキシルエステル	285 部
メタクリル酸 2-イソシアナトエチル	15 部
トルエン	100 部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	9 部

滴下溶液 (b-1) の滴下終了 1 時間後に、t-ブチルパーオキシ-2-ヘキサノエイト 3 部を加え、さらに 110℃ を保持しながら 2 時間反応させた。反応

終了後、トルエンで固形分を50%に調整し、平滑剤[SG-1]を得た。合成した重合体の数平均分子量は、10000であった。

平滑剤の製造実施例2

平滑剤の製造実施例1の滴下溶液(b-1)に代えて、下記の滴下溶液(b-2)を用いた以外は、平滑剤の製造実施例1と同様に反応を行った。

滴下溶液(b-2)

アクリル酸n-ブチルエステル	190部
イソブチルビニルエーテル	80部
メタクリル酸2-(O-[1'-メチルプロピリデン	
アミノ]カルボキシアミノ)エチル	30部
トルエン	100部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	15部

反応終了後、固形分をトルエンで50%に調整し、平滑剤[SG-2]を得た。合成した重合体の数平均分子量は、3500であった。

平滑剤の製造実施例3

平滑剤の製造実施例1の滴下溶液(b-1)に代えて、下記の滴下溶液(b-3)を用いた以外は、平滑剤の製造実施例1と同様に反応を行った。

滴下溶液(b-3)

アクリル酸n-ブチルエステル	95部
メタクリロイルオキシプロピルポリジメチルシロキサン	60部
メタクリル酸2-(O-[1'-メチルプロピリデン	
アミノ]カルボキシアミノ)エチル	145部
トルエン	100部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	6部

反応終了後、固形分をトルエンで50%に調整し、平滑剤[SG-3]を得た。合成した重合体の数平均分子量は、9000であった。

消泡剤の製造比較例1

消泡剤の製造実施例1に示したのと同様の反応容器に、キシレン100部を仕込み、窒素ガスを導入しながら100℃に昇温した後、下に示す滴下溶液(c-

1) を滴下ロートにより、90分間で等速滴下した。

滴下溶液 (c-1)

メタクリル酸オクタデシルエステル	300部
キシレン	100部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	5部

滴下溶液 (c-1) の滴下終了1時間後、t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト1.5部を加え、さらに100℃の温度を維持しつつ3時間反応させた。反応終了後、キシレンで固形分を30%に調整し、消泡剤 [DN-1] を得た。合成した重合体の重量平均分子量は、20000であった。

消泡剤の製造比較例 2

消泡剤の製造比較例 1 の滴下溶液 (c-1) に代えて下記の滴下溶液 (c-2) を用いた以外は、消泡剤の比較例 1 と同様の方法で製造した。

滴下溶液 (c-2)

メタクリル酸ヘキサデシルエステル	210部
ラウリルビニルエーテル	90部
キシレン	100部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	15部

反応終了後、キシレンで固形分を30%に調整し、消泡剤 [DN-2] を得た。合成した重合体の重量平均分子量は、30000であった。

消泡剤の製造比較例 3

消泡剤の製造実施例 1 の滴下溶液 (a-1) のメタクリル酸2-イソシアナトエチルに替えてメタクリル酸2-ヒドロキシエチルを用いて (滴下溶液 (c-3))、消泡剤の実施例 1 と同様の方法で製造した。

滴下溶液 (c-3)

メタクリル酸オクタデシルエステル	285部
メタクリル酸2-ヒドロキシエチル	15部
キシレン	100部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	15部

反応終了後、キシレンで固形分を30%に調整し、消泡剤 [DN-3] を得た。

。合成した重合体の重量平均分子量は、24000であった。

消泡剤の製造比較例 4

消泡剤の製造実施例 1 の滴下溶液 (a-1) に代えて下記の滴下溶液 (c-4) を用いた以外は、消泡剤の製造実施例 1 と同様の方法で製造した。

滴下溶液 (c-4)

メタクリル酸オクタデシルエステル	295部
メタクリル酸2-イソシアナトエチル	5部
キシレン	100部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	15部

滴下溶液 (a-1) の滴下終了1時間後、t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト1.5部を加え、さらに100℃の温度を維持しつつ3時間反応させた。反応終了後、キシレンで固形分を30%に調整し、消泡剤 [DN-4] を得た。合成した重合体の重量平均分子量は、19000であった。

消泡剤の製造比較例 5

消泡剤の製造実施例 1 の滴下溶液 (a-1) に代えて下記の滴下溶液 (c-5) を用いた以外は、消泡剤の製造実施例 1 と同様の方法で製造した。

滴下溶液 (c-5)

メタクリル酸オクタデシルエステル	140部
メタクリル酸2-(O-[1'-メチルプロピリデン アミノ]カルボキシアミノ)エチル	160部
キシレン	100部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	15部

滴下溶液 (a-1) の滴下終了1時間後、t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト1.5部を加え、さらに100℃の温度を維持しつつ3時間反応させた。反応終了後、キシレンで固形分を30%に調整し、消泡剤 [DN-5] を得た。合成した重合体の重量平均分子量は、22000であった。

平滑剤の製造比較例 1

平滑剤の製造実施例 1 で示したのと同様の反応容器に、トルエン150部を仕込み、窒素ガスを導入しながら110℃に昇温し、トルエンを還流させた後、下

に示す滴下溶液 (d-1) を滴下ロートにより 2 時間で等速滴下した。

滴下溶液 (d-1)

アクリル酸 2-エチルヘキシルエステル	300 部
トルエン	100 部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	6 部

滴下溶液 (d-1) の滴下終了 1 時間後に、t-ブチルパーオキシ-2-ヘキサノエイト 3 部を加え、さらに 110℃ を保持しながら 2 時間反応させた。反応終了後、トルエンで固形分を 50% に調整し、平滑剤 [SN-1] を得た。合成した重合体の数平均分子量は、9500 であった。

平滑剤の製造比較例 2

平滑剤の製造比較例 1 の滴下溶液 (d-1) に代えて、下記の滴下溶液 (d-2) を用いた以外は、平滑剤の製造比較例 1 と同様に反応を行った。

滴下溶液 (d-2)

アクリル酸 n-ブチルエステル	205 部
イソブチルビニルエーテル	95 部
トルエン	100 部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	15 部

反応終了後、固形分をトルエンで 50% に調整し、平滑剤 [SN-2] を得た。合成した重合体の数平均分子量は、3000 であった。

平滑剤の製造比較例 3

平滑剤の製造実施例 1 の滴下溶液 (b-1) 中のメタクリル酸 2-イソシアナトエチルに替えて N,N-ジメチルアクリルアミドを用いた以外は (下記の滴下溶液 (d-3))、平滑剤の製造実施例 1 と同様に反応を行った。

滴下溶液 (d-3)

アクリル酸 2-エチルヘキシルエステル	270 部
N,N-ジメチルアクリルアミド	30 部
トルエン	100 部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	6 部

反応終了後、固形分をトルエンで 50% に調整し、平滑剤 [SN-3] を得た

。合成した重合体の数平均分子量は、10500であった。

平滑剤の製造実施例 4

平滑剤の製造実施例 2 の滴下溶液 (b-2) に代えて、下記の滴下溶液 (d-4) を用いた以外は、平滑剤の製造実施例 2 と同様に反応を行った。

滴下溶液 (d-4)

アクリル酸 n-ブチルエステル	205 部
イソブチルビニルエーテル	90 部
メタクリル酸 2-(O-[1'-メチルプロピリデン アミノ]カルボキシアミノ)エチル	5 部
トルエン	100 部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	15 部

反応終了後、固形分をトルエンで 50% に調整し、平滑剤 [SN-4] を得た。
。合成した重合体の数平均分子量は、3500であった。

平滑剤の製造実施例 5

平滑剤の製造実施例 2 の滴下溶液 (b-2) に代えて、下記の滴下溶液 (d-5) を用いた以外は、平滑剤の製造実施例 2 と同様に反応を行った。

滴下溶液 (d-5)

アクリル酸 n-ブチルエステル	105 部
イソブチルビニルエーテル	35 部
メタクリル酸 2-(O-[1'-メチルプロピリデン アミノ]カルボキシアミノ)エチル	160 部
トルエン	100 部
t-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエイト	15 部

反応終了後、固形分をトルエンで 50% に調整し、平滑剤 [SN-5] を得た。
。合成した重合体の数平均分子量は、4000であった。

【0019】

【表 1】

第 1 表 消泡剤の製造実施例の添加剤

	添加剤名	重量平均分子量	不揮発分 (%)
製造実施例 1	DG-1	17000	30
製造実施例 2	DG-2	25000	30
製造実施例 3	DG-3	23000	30

【0020】

【表 2】

第 2 表 平滑剤の製造実施例の添加剤

	添加剤名	数平均分子量	不揮発分 (%)
製造実施例 1	SG-1	10000	50
製造実施例 2	SG-2	3500	50
製造実施例 3	SG-3	9000	50

【0021】

【表 3】

第 3 表 消泡剤の製造比較例の添加剤

	添加剤名	重量平均分子量	不揮発分 (%)
製造比較例 1	DN-1	20000	30
製造比較例 2	DN-2	30000	30
製造比較例 3	DN-3	24000	30
製造比較例 4	DN-4	19000	30
製造比較例 5	DN-5	22000	30

【0022】

【表 4】

第 4 表 平滑剤の製造比較例の添加剤

	添加剤名	数平均分子量	不揮発分 (%)
製造比較例 1	SN-1	9 5 0 0	5 0
製造比較例 2	SN-2	3 0 0 0	5 0
製造比較例 3	SN-3	1 0 5 0 0	5 0
製造比較例 4	SN-4	3 5 0 0	5 0
製造比較例 5	SN-5	4 0 0 0	5 0

【0 0 2 3】

実施例 1 (酸無水物硬化型クリアー塗料での消泡剤の耐水白化性試験及びメラミン樹脂硬化クリアー塗料での消泡性試験)

第 5 表に示した配合の焼き付け型アクリル／酸無水物硬化型クリアー塗料組成物について、塗装膜の耐水白化性の試験を行った。また第 6 表に示した、メラミン樹脂硬化クリアー塗料組成物に添加して、消泡性の試験を行った。

【0 0 2 4】

第 5 表に示した原料をディスパー攪拌機で均一に混合し、酸無水物硬化クリアー塗料を作成した。この塗料に第 1 表及び第 3 表の消泡剤をクリアー塗料に対して 1 重量%加えて、ディスパー攪拌機で 2 0 0 0 r p m で 2 分間分散した。この塗料を耐水白化性の試験のために、ガラス板に 1 5 0 μ m のアプリケーターを用いて塗布し、2 0 0 °C のオーブンで 3 0 分間焼き付けて硬化させた。この塗装板を室温まで冷却後、8 0 °C の温水中に 1 時間浸漬し、そのまま水温を 2 5 °C まで自然冷却した。塗板を水槽から取り出し、乾いた不織布で塗膜表面の水滴を拭き取ったのち室温で 2 4 時間乾燥し、塗装板の白化の状態を目視で観察した。

【0 0 2 5】

消泡性の試験は、次のように行った。まず、第 6 表のクリアー塗料の粘度をフオードカップ # 4 で 2 5 秒になるように、希釈剤を用いて調整した。このクリアー塗料をブリキ板にエアスプレー・ガンを用いて、乾燥後の塗膜の膜厚が 2 0 μ m から 1 0 0 μ m になるように、厚さを変化させて塗装した。塗装後 3 分間静置し、1 6 0 °C のオーブンで 2 0 分間焼き付けて硬化させた。

【0026】

塗膜の試験の評価は以下のように行った。塗装膜の耐水白化性の評価は、ガラス板に塗装したものを目視で「最良」(5)から「最悪」(1)までの5段階に評価した。また、消泡性の試験は、ブリキ板に塗装した塗装面に発生した泡(以下においてワキと表現する)の発生膜厚を膜厚計を用いて測定し、さらに全体的なワキの数を目視で、数が最も少ない「最良」(5)から数が最も多い「最悪」(1)までの5段階に評価した。以上の試験の結果を第7表に示す。

【0027】

【表5】

第5表 酸無水物硬化クリアー塗料の配合

原 料 名	数量(部)	原料会社名
フインディック A-207S *1) (50%溶液*2)	68.4	大日本インキ化学工業(株)
ドデセニルこはく酸無水物(50%溶液*2)	31.6	和光純薬工業(株)
DMP-30 (2,4,6-トリス(ジメチルアミノ)フェノール)	1.0	和光純薬工業(株)

*1) エポキシ当量 490 g/eq

*2) 希釈溶剤: ソルベッソ#100/キシレン/ブチルセロソルブ/
n-ブタノール=4/3/2/1

【0028】

【表6】

第6表 メラミン樹脂硬化クリアー塗料

原 料 名	数量(部)	原料会社名
ベッコゾール EZ-3530-80	57.9	大日本インキ化学工業(株)
スーパーベッカミン L-116-70	28.4	大日本インキ化学工業(株)
希釈溶剤 *)	適量	

*) 希釈溶剤: ソルベッソ#100/キシレン/ブチルセロソルブ/
n-ブタノール=4/3/2/1

【0029】

【表 7】

第 7 表 試験結果

添加剤名	添加量 (%)	耐水白化性	ワキの発生膜厚 (μm)	ワキの数
ブランク	—	5	20	1
DG-1	1.0	5	65	3
DG-2	1.0	5	80	5
DG-3	1.0	5	50	3
DN-1	1.0	2	80	5
DN-2	1.0	1	80	5
DN-3	1.0	3	40	2
DN-4	1.0	2	70	4
DN-5	1.0	5	20	1

【0030】

実施例 2 (クリアー型粉体塗料での平滑剤の耐水白化性の試験)

第 8 表に示した配合のアクリルクリアー粉体塗料組成物について、平滑剤を添加した塗装膜の耐水白化性の試験を行った。

【0031】

(マスターバッチの作成)

使用するアクリル樹脂 (ファインディック A-253) を 170°C で溶融し、その中に固形分で 10% 濃度となるように第 2 表、第 4 表の平滑剤をディスパーで高速攪拌しながら均一に分散させた。冷却後、ピンミルで粉碎し、32 メッシュのふるいを通過させて 10% アクリル樹脂マスターバッチ組成物を得た。

【0032】

(アクリル粉体塗料の作成)

上記方法で作成したマスターバッチ組成物を含む第 8 表の配合のアクリル系粉体塗料を乾式混合の後、 100°C から 110°C に保ったエクストルーダーにて熔融混練した。冷却後、ピンミルで粉碎し、150 メッシュのふるいを通過させて、白色粉末状のクリアー型粉体塗料組成物を得た。

【0033】

(アクリル粉体塗料の塗装と評価)

次に、得られた粉末を耐水白化性の評価のためには、硬化膜厚が $100\mu\text{m}$ になるように、静電粉体塗装法によって、ガラス板に吹き付けた。また、平滑性の評価のためには、硬化膜厚が $40\mu\text{m}$ になるように、耐熱ステンレス鋼板($0.5\times 70\times 100\text{mm}$)に静電粉体塗装法によって吹き付けた。次いで上記の塗装板を 160°C で30分間焼き付け、実施例1と同様の方法で耐水白化性の評価を行った。また、平滑性の評価も目視にて行った。その結果を第9表に示す。

【0034】

【表8】

第8表 アクリル粉体クリアー塗料の配合

原 料 名	数量(部)	原料会社名
アクリル樹脂：ファインディック A-253	75.5	大日本インキ化学工業(株)
硬化剤 : ドデカン2酸	21	和光純薬工業(株)
平滑剤 : アクリル樹脂マスターバッチ	5	

【0035】

【表9】

第9表 アクリル粉体クリアー塗料の平滑剤の試験結果

添加剤名	添加量 (%)	耐水白化性	平滑性
ブランク	—	5	1
SG-1	0.5	5	4
SG-2	0.5	5	5
SG-3	0.5	5	3
SN-1	0.5	1	4
SN-2	0.5	3	5
SN-3	0.5	1	3
SN-4	0.5	2	4
SN-5	0.5	5	1

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 透明性を重視するクリアー型塗料に配合した場合、水の浸入を原因とする塗膜の濁りを生じることなく、消泡性や平滑性を付与する、クリアー型塗料用添加剤を提供する。

【解決手段】 イソシアネート基を有する反応性モノマー又はイソシアネート基から誘導された基を有する反応性モノマー2～50重量%と、従来塗料用の消泡剤や平滑剤として用いられてきたモノマー又はポリマー98～50重量%とを共重合して得られる共重合体を少量添加することにより、クリアー型塗料において水の浸入を原因とする塗膜の濁りを生じることなく、消泡性や平滑性を得ることが出来る。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000225854]

1. 変更年月日 1990年 8月20日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区内神田1丁目11番13号
氏 名 楠本化成株式会社